

METHOD OF ANALYZING VOLATILE COMPONENT IN HIGH POLYMER COMPOUND

Patent number: JP54126599
Publication date: 1979-10-01
Inventor: NOUKI NAOYASU; OZAKI YUKIHIRO
Applicant: SUMITOMO CHEMICAL CO
Classification:
- international: G01N31/08
- european:
Application number: JP19780034566 19780324
Priority number(s): JP19780034566 19780324

Report a data error here

Abstract not available for JP54126599

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

Family list

1 family member for:

JP54126599

Derived from 1 application.

**1 METHOD OF ANALYZING VOLATILE COMPONENT IN HIGH POLYMER
COMPOUND**

Publication info: **JP54126599 A** - 1979-10-01

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

⑨日本國特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54-126599

⑬Int. Cl.

識別記号

⑭日本分類

庁内整理番号

⑮公開 昭和54年(1979)10月1日

G 01 N 31/08

1 0 4

113 F 121

6514-2G

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑯高分子化合物中の揮発性成分の分析方法

⑰発明者 尾崎幸広

愛媛県宇摩郡土居町北野1162番地

⑱特願 昭53-34566

⑲出願 昭53(1978)3月24日

⑳出願人 住友化学工業株式会社

㉑発明者 能木直安

大阪市東区北浜5丁目15番地

新居浜市北新町3番416号

㉒代理人 弁理士 木村勝哉 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

高分子化合物中の揮発性成分の分析方法

2. 特許請求の範囲

試料管中に試料を封じ、該試料管を恒温槽に装入し、試料管と真空瓶を連結して、減圧加熱

下で試料中の揮発性成分を気化させ、真空瓶に移し、真空瓶中の揮発性成分をガスクロマトグラフで導入することにより、高分子化合物中の揮発性成分の分析を行なうことを特徴とする分析方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、高分子化合物中の揮発性成分分析方法に関する。更に詳しくは合成樹脂を試料にして、合成樹脂中に含まれている未反応単量体(モノマー)の如き揮発性成分のみを分析ガラムに導入し、ガスクロマトグラフで正確に分析する方法に係る。

従来、この様な試料中の揮発性成分をガスクロマトグラフで分析する場合、試料を溶媒に

溶かし、その一部を微量注射器に採り、ガスクロマトグラフの試料室に注入する方法がとられているが、この方法では、試料の溶解に長時間を要し溶解時に揮発性成分が揮発したり、溶解の溶出に長時間を要したり、溶解と分析成分が分離しなかったり、溶媒中の試料がガスクロマトグラフの試料室に残留し、試料室ひいては分析ガラムを汚染するなどの欠点を有する。

又、近年公害規制の強化及び労働衛生等に関する環境改善という見地から、合成樹脂中に残存するモノマーが問題になりつつある。このため、合成樹脂製造メーカーとしては、合成樹脂中の残存モノマー除去に関する各種試験を行なっているが、この除去効果を正確に評価するには、除去試験後試料を分析するまでの間に、試料中のモノマーを揮散させない分析方法が必要で、公知の分析方法ではこの条件を満たすことは不可能である。本発明者等は、この欠点をなくし、かつ、迅速に分析する方法につき鋭意検討した結果本発明に到達した。

即ち、本発明は、試料管中に試料を封じ、該試料管を恒温槽に装入し、試料管と真空瓶とを連結して、減圧加熱下に試料中の揮発性成分を気化させ、真空瓶中の揮発性成分をガスタイトシリンジで、ガスクロマトグラフに導入することにより、高分子化合物中の揮発性成分の分析を行なうことを特徴とする分析方法である。ここでいう試料管とは気密性を有し吸着性がないもので、例えばガラス管のようなものが有用であり、真空瓶は容量既知のもので、一般にはホウ珪酸ガラス製の真空瓶を用いる。又、恒温槽は温度調節可能なもので、例えばガスクロマトグラフの恒温槽がある。ガスクロマトグラフの検出器は、目的成分が検出できる検出器であれば、いずれの検出器でもよいが、一般的は検出感度の点で水素炎イオン化検出器を用いるのが好ましい。

真空度は、極力高い方が望ましく、一般的には 5×10^{-4} 以下で用い、加熱温度は高分子化合物中の揮発性成分が気化できる温度であれば問題

ないが、通常は試料の融点上 10°C の範囲が好ましい。

本発明に使用できる合成樹脂としては、エチレン-酢酸ビニール樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、高密度ポリエチレン、ポリ塩化ビニール及びその他の合成樹脂がある。

本発明は、ガラス管に試料を採り、ガラス管の両端をシリコンゴム製パッキンで密封し、恒温槽に装入しあらかじめ真空にした真空瓶と、恒温槽に装入したガラス管を注射針付テフロン管で接続した後、恒温槽の温度を上げ試料中の揮発性成分を揮発させ真空瓶に捕集し、真空瓶の圧力を大気圧にしたのち、ガスタイトシリンジで真空瓶中の揮発性成分を採取し、ガスクロマトグラフに注入するようにして上述した欠点を解消すると同時に、試料保存及び分析操作時における試料中の揮発性成分の揮散防止を目的とする。

以下に本発明の方法の一例を図面に基づいて詳記する。第1図において、25のシリコンパ

ッキン、4の石英ウールを装着した状態で、3の試料管の重量を計量し、2のシリコンパッキンを外し試料を採取して、再び、2のシリコンパッキンで試料管を密封し、そのガラス管の重量を計量して恒温槽18に装入する。7は 1×10^{-4} 程度まで減圧にした容量1Lのテフロンコック付真空瓶で、この真空瓶7と試料管3を注射針付テフロン管6で接続する。テフロン管6で接続する際は、5のシリコンパッキンで注射針11を密封してから、注射針12をシリコンパッキン8に刺通し、その後注射針11もシリコンパッキン5を刺通す。続いて、恒温槽18の温度を試料の融点付近まで昇温し、1時間放置したのち、1の注射針付テフロン管を2のシリコンパッキンに刺通し、9の流量計を用い、 $20\text{ml}/\text{min}$ の流速で10分間空室を通してから、注射針10、12、11の順に抜き取る。

次に、真空瓶の口14と空室を封入したテトラパック（弗化ビニール製）15をシリコン管で接続し、テフロンコック18を用いて真空

瓶7の圧力を、大気圧まで戻してコック19を密閉する。続いて第2図にて、シリコンパッキン8にガスタイトシリンジ16の針先を刺通し、ピストン17を採取する量より多目に引き、シリコンパッキン8で密封しピストン17を押し込み、ガスタイトシリンジ内の圧力を大気圧以上にしたのち、シリコンパッキン8からガスタイトシリンジの針先を抜き、一定量をガスクロマトグラフの注入口から導入する。

したがって、本発明によれば、試料をガラス管に採取した以降は、試料中の揮発性成分は全く揮散なしに、ガスクロマトグラフに導入することが可能で、ガスクロマトグラフに導入される試料は、常温常圧で気化する成分のみしか導入されないことから、ガスクロマトグラフの試料室及び分離カラムは全く汚染されない。又、試料処理に溶媒を用いないことから、溶媒中の不純物の影響はなく、分析成分と溶媒成分の分離の問題も解消できる優れた特長を有する。

以下実施例により本発明の方法を具体的に説

明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例 1

エチレン-酢酸ビニル共重合体中の未反応酢酸ビニルの分析。エチレン-酢酸ビニル共重合体 4 g をガラス管に採り、110℃ 1 時間で試料中の酢酸ビニルを 1 l の真空瓶に脱気させ、真空瓶の圧力を常圧にし、その真空瓶から 2 ml をガスタイトシリンで採りガスクロマトグラフに導入する。分離カラムは PEG-6000 15 % を被覆した TPA 30 ~ 60 ノッシュを内径 3 mm、長さ 3 m のガラス製カラムに充填したものを使用し、カラム温度は 100℃、キャリアーガス（ヘリウム）の入口圧は 1.0 kg/cm² で、ガスクロマト分離を行ない、検出器としては水素炎イオン化検出器を用いた。又、試料中に残留する酢酸ビニル濃度を調べるため、同一試料につき同一条件で脱気操作を繰返し行なった。本実施例により得られたガスクロマトグラムは第 3、

4 図の如くで、第 3 図は、第 1 回目の脱気、第 4 図は第 2 回目の脱気によるクロマトグラムである。

第 1 回目の脱気操作で得られる酢酸ビニルの測定値は、151 w/ppm であり、その時残留する酢酸ビニルの濃度は 4 w/ppm であることから、第 1 回目の脱気操作で 95 % は脱気可能である。

実施例 2

ポリプロピレン中のプロピレンオキシド及びプロピレンクロルヒドリンの分析。試料 3 g を 175℃ 1 時間でプロピレンオキシド及びプロピレンクロルヒドリンを脱気させ、脱気試料 1 ml をガスタイトシリンでガスクロマトグラフに導入する。分離カラムは PEG-6000 15 % を被覆した TPA 30 ~ 60 ノッシュを、内径 3 mm、長さ 3 m のガラス製カラムに充填したものを使用し、カラム温度はプロピレンオキシドの分離の場合は 70℃、プロピレンクロルヒドリンの場合は 170℃、

キャリアーガス（窒素）入口圧は 1.4 kg/cm² で、ガスクロマト分離を行ない検出器としては、水素炎イオン化検出器を用いた。又、試料中の残留プロピレンオキシド、プロピレンクロルヒドリンを調べるため、同一試料について、脱気操作を 3 回繰返し行なった。本実施例により得たポリプロピレン中のプロピレンオキシド及びプロピレンクロルヒドリンの測定値は、第 1 回目の脱気でプロピレンオキシドが 669 w/ppm、プロピレンクロルヒドリンが 99.3 w/ppm、第 2 回目の脱気ではプロピレンオキシドが 0.3 ppm、プロピレンクロルヒドリンが 4.8 w/ppm、第 3 回目の脱気ではプロピレンオキシドが 0.1 ppm、プロピレンクロルヒドリンが 1.8 w/ppm であった。

実施例 3 及び比較例 1

エチレン-酢酸ビニル共重合体を試料にして、エチレン-酢酸ビニル共重合体中の未反応酢酸ビニルを、実施例 1 の方法で分

析したところ 706 ppm の酢酸ビニルを検出した。

一方同一試料を n-ヘキサンに溶解させ、n-ヘキサン層に酢酸ビニルを抽出し、その n-ヘキサンを微量注射器で一定量実施例 1 で使用したガスクロマトグラフに注入し分析した。比較分析の結果は 200 ppm しか検出されなかった。検出限界も本発明方法では 1 ppm 程度まで検出可能であるが、公知の方法では n-ヘキサンのテーリングの影響により 20 ppm が検出限界であることが分かった。

4. 図面の簡単な説明

第 1 ~ 2 図は本発明の一実施例を示す分析状態の説明図で、3 が試料管、7 が真空瓶、15 がテドラーバック、18 が恒温槽である。

第 3 ~ 4 図は実際に得られるガスクロマトグラムで、第 3 図が第 1 回目の脱気操作で得られたクロマトグラム、第 4 図が第 2 回目の脱気操作で得られたクロマトグラムであり、1 がエチレン、2 が酢酸ビニルのピークである。

